Agilent 5975T LTM GC/MSD を用いた水中ニトロベンゼンの高速分析

アプリケーションノート

環境

著者

Xiaohua Li

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.

12 Ying Lun Road

Waigaoqiao Free Trade Zone

Shanghai 200131

P.R.China

概要

近年、石油化学プラントにおける爆発事故の増加により、水質汚染が差し迫った問題になっており、可搬型機器を用いた緊急モニタリングの必要性は高まっています。本アプリケーションでは、可搬型の Agilent 5975T LTM GC/MSD を用いて、水中ニトロベンゼンのモニタリングを行うための簡便な高速メソッドを開発しました。このメソッドでは、水に含まれる ppb (ng/mL) レベルのニトロベンゼンを 5 分未満で検出できます。ニトロベンゼンのメソッド検出下限 (MDL) は、標準溶液で 0.017 µg/mL となりました。水からニトロベンゼンを抽出するために液々抽出を行いましたが、この前処理は移動式ラボで簡単に実施することができます。

Agilent Technologies

はじめに

ニトロベンゼンは工業生産で広く用いられている重要な原材料ですが、人体の健康を害するきわめて毒性の強い化学物質でもあります。工業生産プロセスにおいて水中に流出し、地表水や地下水を汚染することがしばしば起こります。産業の発展で産業廃水が増加していることから、ニトロベンゼンは世界中の主要河川において重要なモニタリングターゲット物質で、EPA メソッド 625 のターゲット化合物にもなっています。

簡便な前処理の後に水に含まれるニトロベンゼンを測定する高速メソッドを開発しました。本メソッドでは Agilent 5975T LTM GC/MSD を使用します。このシステムは可搬型の機器で、LTM (Low Thermal Mass：低熱容量) 技術により高速分離が実現されます。本実験では、数 ppm レベルの水サンプル中ニトロベンゼンの測定において、このメソッドが十分な精度、スピード、感度を備えており、緊急モニタリングに応用できることが実証されました。

実験手法

本メソッドでは、ナローボア (0.18 mm id) カラムを使用しました。LTM カラム技術による高速加熱高速冷却で、分析時間は 4 分、冷却時間 (250 °C から 60 °C へ) は 1 分未満となっています。サイクル時間が短い (約 5 分) ため、緊急モニタリング分析の定量レポートを迅速に作成できます。さらに、このソリューションでは、きわめて簡便かつ高速なサンプル前処理を使用しています。表 1 に、機器パラメータを示しています。

表 1. GC/MS 機器条件

GC		MS	
インジェクタ温度	200 °C	データ取り込みモード	スキャンおよび SIM
注入量	1 µL	スキャン質量範囲	50–300 amu
カラム流速	1 mL/min (He)	スキャンスピード	高速
オーブン温度	250 °C	SIM イオン	123、77、93
スプリット比	30:1	トランスファーライン	250 °C
LTM プログラム	60 °C (0.25min) - 50 °C/min - 150 °C(0min) - 100 °C/min 250 °C (1.8 min)	イオン源	230 °C
		四重極	150 °C
LTM カラム	HP-5ms 8.5 m × 0.18 mm、0.18 µm	溶媒待ち時間	1 min

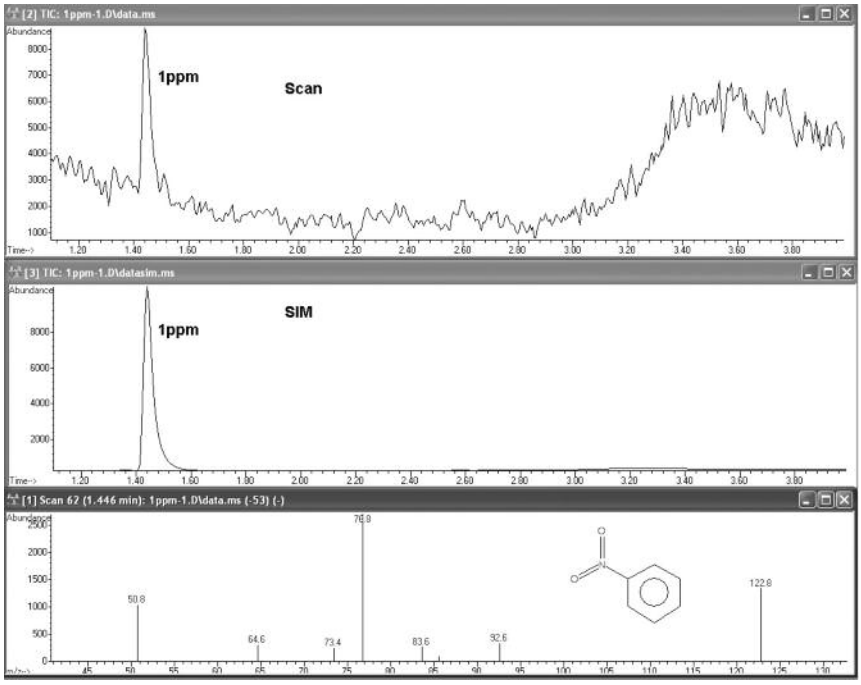

図 1. ニトロベンゼン標準溶液のクロマトグラム (1 ppm)

メソッド性能

検量線

0.1～10 µg/mL の濃度範囲で検量線を作成しました。塩化メチレンで標準品を希釈し、5 段階の濃度 (0.1、0.5、1、5、10 µg/mL) の標準溶液を作成しました。図 2 に作成したニトロベンゼンの検量線を示します。決定係数 (r^2) = 0.999 の直線性となりました。

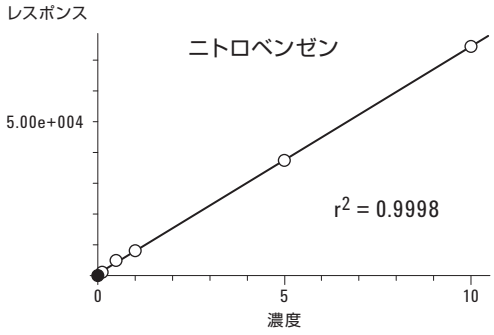

図 2. ニトロベンゼンの検量線

メソッド検出下限

メソッド検出下限 (MDL) は、測定および報告ができる 99 % 信頼性のある 0 以上の最小濃度値と定められています (EPA 625)。予想される検出下限に近い濃度でターゲット化合物を 7 回繰り返し測定を行い、算出した標準偏差に信頼係数 3.14 を掛けて MDL を求めました。これにより得られた検出下限は、0.017 µg/mL でした。任意の分析で得られる実際の MDL は、機器感度やマトリックス効果により変化します。

再現性

2 つの濃度のニトロベンゼン標準溶液を各 10 回分析し、再現性を評価しました。算出した MSD レスポンスの相対標準偏差 (RSD) を、表 2 にまとめています。

表 2. MSD レスポンスの相対標準偏差

ppm	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	% RSD
0.1	1218	1203	1226	1228	1156	1208	1205	1211	1206	1169	1.93
0.5	5259	5118	5313	5315	5175	5328	5298	5344	5100	5077	1.99

サンプル前処理と回収率

流水サンプル 50 mL を分液漏斗に入れ、塩化メチレン 2 mL を加えました。この混合液を手動で 1 分間攪拌し、ニトロベンゼンを塩化メチレン層に抽出させた後、塩化メチレン層を採取しました。採取したサンプル溶液 1-µL を Agilent 5975T LTM GC/MSD に注入しました。これにより得られたクロマトグラムを図 3 に示しています。また、濃度 2.5-µg/mL の標準溶液 2 mL を水 50 mL に添加し、回収率の評価を行いました。算出された回収率は 108 % となりました。

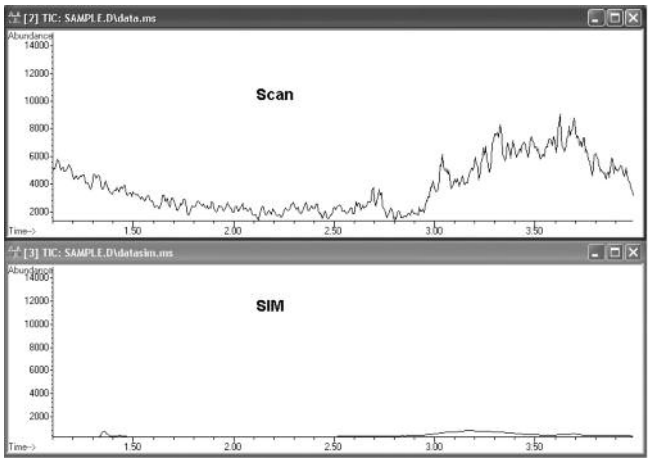

図 3. 流水サンプルのクロマトグラム (算出濃度 : N.D.)

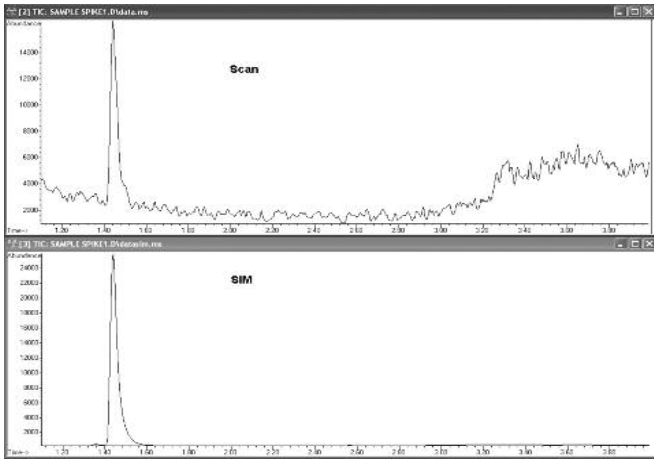

図 4. サンプル添加溶液のクロマトグラム (2.5 µg/mL)

回収率は、以下の公式で算出しました :

$$\text{回収率 (\%)} = \frac{\text{(添加サンプルの濃度 – 非添加サンプルの濃度)}}{\text{添加濃度 (2.5 µg/mL)}} \times 100$$

水に含まれるニトロベンゼンの濃度は、以下の公式で算出しました :

$$\text{水に含まれるニトロベンゼンの濃度 (µg/mL)} = \frac{\text{検量線により算出された濃度 µg/mL}}{\text{水の容積 (50 mL)}} \times \text{溶媒の容積 (2 mL)}$$

結論

本アプリケーションノートでは、ナローボア LTM カラムと簡便なサンプル前処理を用いた Agilent 5975T LTM GC/MSD の水中ニトロベンゼン高速メソッドを紹介しています。このソリューションは、野外における緊急分析のために開発されたもので、分析サイクルタイムはわずか 5 分です。メソッド性能評価では、ラボ固定型の機器に匹敵する感度と精度が得られることが示されています。これまでの可搬型 GC/MSD では、このレベルの性能を得ることは困難でした。

参考文献

U.S. EPA メソッド 625

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2010
Printed in Japan
August 20, 2010
5990-6322JAJP

Agilent Technologies